

Cara uji migrasi zat kontak pangan dari kemasan pangan – Timbal (Pb), kadmium (Cd), kromium (VI) [Cr (VI)], dan merkuri (Hg) dari kemasan plastik



© BSN 2013

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Pengambilan contoh	2
5 Cara uji	2
Bibliografi	7



Prakata

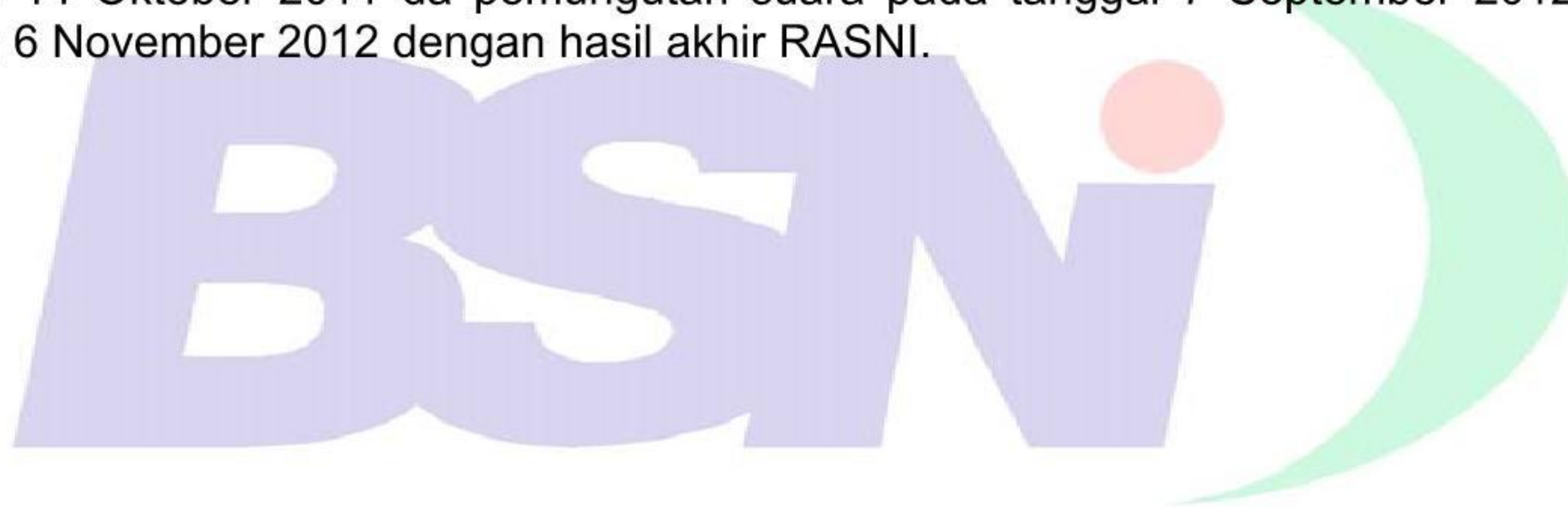
Standar Nasional Indonesia (SNI) Cara uji migrasi zat kontak pangan dari kemasan pangan – Timbal (Pb), kadmium (Cd), kromium (VI) [Cr(VI)], dan merkuri (Hg) dari kemasan plastik ini disusun dengan memperhatikan ketentuan tentang Bahan Kemasan Pangan yang ditetapkan oleh Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan RI, yang mempersyaratkan batas migrasi zat kontak pangan dari kemasan pangan.

Standar ini merupakan seri dari berbagai jenis bahan kemasan pangan seperti plastik, logam, keramik, kertas, karet, dan lain-lain.

Standar ini telah dibahas dalam rapat konsensus pada tanggal 21 Juni 2011 di Bogor yang dihadiri oleh wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, ilmuwan/pakar dan instansi terkait lainnya.

Standar ini disusun oleh Sub Panitia Teknis 67-02-S1 Kemasan Pangan dari Panitia Teknis 67-02: Bahan Tambahan Pangan dan Kontaminan.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 15 Agustus 2011 sampai dengan 14 Oktober 2011 dan pemungutan suara pada tanggal 7 September 2012 sampai dengan 6 November 2012 dengan hasil akhir RASNI.



Cara uji migrasi zat kontak pangan dari kemasan pangan – Timbal (Pb), kadmium (Cd), kromium (VI) [Cr (VI)], dan merkuri (Hg) dari kemasan plastik

1 Ruang lingkup

Standar ini dapat digunakan untuk uji migrasi timbal (Pb), kadmium (Cd), kromium (VI) [Cr (VI)], dan merkuri (Hg) menggunakan simulan pangan dari kemasan pangan yang terbuat dari plastik.

2 Acuan normatif

Untuk acuan tidak bertanggal berlaku edisi terakhir

ISO 2859-1, *Sampling Procedures for Inspection by Attributes - Part 1: Sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection.*

3 Istilah dan definisi

3.1

batas migrasi maksimum

jumlah maksimum zat yang diijinkan berpindah ke dalam pangan atau simulan pangan

3.2

kemasan pangan

bahan yang digunakan untuk memwadahi dan/atau membungkus pangan baik yang bersentuhan langsung dengan pangan maupun tidak

3.3

migrasi spesifik

perpindahan dari suatu zat kontak pangan tertentu dari kemasan pangan ke dalam simulan tertentu sesuai dengan jenis atau tipe pangan

3.4

plastik

senyawa makromolekul organik yang diperoleh dengan cara polimerisasi, polikondensasi, poliadisi, atau proses serupa lainnya dari monomer atau oligomer atau dengan perubahan kimiawi makromolekul alami

3.5

kemasan plastik lapis tunggal (*monolayer*)

kemasan plastik yang terdiri dari sebuah lapisan dan terbuat dari satu atau lebih jenis polimer

3.6

kemasan plastik laminasi (*multilayer*)

kemasan yang terdiri dari dua atau lebih lapisan dan terbuat dari satu jenis material atau lebih dengan atau tanpa adhesive dengan bagian yang kontak dengan pangan adalah plastik

3.7

simulan pangan

media yang digunakan untuk meniru karakteristik pangan tertentu

3.8

zat kontak pangan

setiap zat yang digunakan sebagai komponen bahan yang digunakan dalam pembuatan, pengepakan, pengemasan dan penyimpanan pangan, dan dalam penggunaannya tidak dimaksudkan untuk memberikan efek teknis terhadap pangan

4 Pengambilan contoh

Sesuai dengan ISO 2859-1.

5 Cara uji

5.1 Migrasi spesifik timbal (Pb), kadmium (Cd), dan merkuri (Hg)

5.1.1 Prinsip

Kadar Pb, Cd dan Hg termigrasi ditetapkan dengan cara perendaman/pengisian sampel dengan simulan asam asetat 4% selama 24 jam, pada suhu kamar ($24^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$), dan dilakukan pengukuran menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) atau *Induce Couple Plasma Spectrophotometer* (ICP-S) pada panjang gelombang yang sesuai atau voltametri. Sedangkan untuk kadar Hg termigrasi dapat juga ditentukan dengan menggunakan SSA yang dilengkapi *Hydride Vapor Generator* (HVG) atau *Mercury Vaporizer Unit* (MVU).

5.1.2 Bahan

- Asam asetat 4% ;
- Asam asetat glasial
- Aquademineral;
- Aquabides;
- Sampel;
- Natrium borohidrida (NaBH_4) 0,4% dalam NaOH 0,5%;
- Baku pembanding logam Pb, Cd, Hg dan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- HCl 5 N;
- SnCl_2 5% dalam H_2SO_4 5%.

5.1.3 Peralatan

- Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) atau *Induce Couple Plasma Spectrophotometer* (ICP-S) atau Voltametri;
- Hydride Vapor Generator* (HVG) atau *Mercury Vaporizer Unit* (MVU);
- Alat gelas (gelas piala, pipet volum, labu tentukur (*volumetric flask*), corong, dan lain-lain).

5.1.4 Prosedur

5.1.4.1 Persiapan pengujian

- Hitung luas permukaan sampel. Untuk kemasan tertutup, luas penutup juga harus diperhitungkan jika terlibat dalam migrasi.
- Pembersihan awal:
 - Untuk sampel yang berbentuk volume, cuci sampel dengan aquademineral dan dikeringkan.

- Untuk kemasan yang berbentuk lembaran, kemasan dengan kedalaman kurang dari 25 mm, atau kemasan dengan volume besar yang dapat dipotong, potong sampel dengan luas yang terukur, cuci dengan aquademineral dan keringkan.
- c) Siapkan ruang gelap pada suhu kamar ($24\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) atau dibungkus dengan aluminium foil.
- d) Siapkan simulan asam asetat 4% dalam jumlah secukupnya.

5.1.4.2 Kondisi ekstraksi

- a) Untuk sampel yang memiliki volume kecil ($\leq 1\text{ L}$), masukkan asam asetat 4% sampai 0,6 cm dari permukaan atas. Tutup dan lindungi dari cahaya, simpan pada suhu ruang $24\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam.
- b) Untuk sampel yang memiliki volume besar ($> 1\text{ L}$), volume pengujian adalah 20% dari volume totalnya atau disesuaikan dengan kondisi sampel, diisi asam asetat 4% dengan ketinggian 1,56 cm dari dasar.
- c) Untuk sampel berbentuk lembaran, untuk plastik lapis tunggal rendam sampel dengan asam asetat 4% sebanyak volume tertentu, dengan takaran volume $1,56\text{ mL/cm}^2$ dalam sel migrasi satu sisi.
- d) Untuk kemasan plastik laminasi dilakukan perendaman hanya pada permukaan yang kontak dengan pangan.

5.1.4.3 Penetapan kadar Pb, Cd, dan Hg termigrasi menggunakan SSA/ICPS

- a) Masukkan ekstrak ke dalam labu Erlenmeyer yang sesuai.
- b) Gunakan baku logam Pb, Cd dan Hg bersertifikat
- c) Buat seri larutan baku Pb, Cd, Hg dengan kadar sebagai berikut:
 - Logam Pb : 1; 2; 3; 4; 5; 6 $\mu\text{g/mL}$;
 - Logam Cd : 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 $\mu\text{g/mL}$;
 - Logam Hg : 0,005; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 $\mu\text{g/mL}$;
- d) Khusus untuk Hg gunakan generator HVG dengan pereaksi Natrium borohidrida (NaBH_4) 0,4% dalam NaOH 0,5% dan HCl 5 N atau generator MVU dengan pereaksi SnCl_2 5% dalam H_2SO_4 5%.
- e) Lakukan pengukuran menggunakan SSA/ICPS pada panjang gelombang Pb: 283,3 nm, Cd: 228,8 nm, Hg: 253,7 nm.
- f) Hitung kadar logam terekstrak dalam satuan $\mu\text{g/mL}$.
- g) Lakukan pengukuran blangko sebagai kontrol pengukuran kontaminasi.

5.1.4.4 Penetapan kadar Pb dan Cd termigrasi menggunakan voltammetri

- a) Masukkan ekstrak sebanyak 10 mL ke dalam cell.
- b) Tambahkan 1 mL dapar natrium asetat dan 0,5 mL asam asetat glasial dengan menggunakan pipet volum.
- c) Cell yang sudah terisi ekstrak dan dapar kemudian dipasangkan ke alat voltametri.
- d) Lakukan penambahan ke 1 dan ke 2 setelah mendapat instruksi dari alat.
- e) Lakukan pengukuran menggunakan voltametri pada tegangan $\pm 0,4$ volt untuk Pb dan $\pm 0,6$ volt untuk Cd.
- f) Lakukan pengukuran blangko sebagai kontrol pengukuran kontaminasi.

5.1.5 Perhitungan

5.1.5.1 Menggunakan SAA/ICPS

Dihitung dengan menggunakan persamaan garis regresi $y = a + bx$.

dengan:

y adalah absorbansi;

x adalah kadar, dinyatakan dalam mikrogram per liter ($\mu\text{g/L}$).

5.1.5.2 Menggunakan voltametri

Dihitung dengan membandingkan kuat arus yang dihasilkan contoh uji terhadap rerata kuat arus standar adisi, mengikuti persamaan:

$$C(\text{mg/kg}) = \frac{\text{kuat arus contoh uji}}{\text{kuat arus rerata baku adisi}} \times \text{kadar adisi}$$

5.2 Migrasi spesifik logam berat Cr (VI)

5.2.1 Prinsip

Kadar Cr (VI) termigrasi ditetapkan dengan cara perendaman/pengisian sampel dengan simulan asam asetat 4% selama 24 jam, pada suhu kamar ($24^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$), dan dilakukan pengukuran menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum 540 nm.

5.2.2 Bahan

- Asam asetat 4%;
- Larutan asam sulfat pH 1,5
Sejumlah aquademineral masukkan dalam gelas piala dan atur pH-nya menggunakan H_2SO_4 2 N, hingga pH menjadi 1,5;
- Larutan baku Cr (VI) bersertifikat
 - Larutan baku induk kromium 1 000 mg/L
Timbang 0,1767 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ masukkan dalam labu tentukur 500 mL dan larutkan menggunakan larutan H_2SO_4 pH 1,5 hingga tanda batas;
 - Larutan baku antara 10 mg/L
Ambil 1,0 mL baku induk, masukkan ke dalam labu tentukur 100 mL dan tambahkan larutan H_2SO_4 pH 1,5 hingga tanda batas;
- Larutan baku kerja Cr (VI) dalam larutan H_2SO_4 pH 1,5 dengan kadar 0 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1,0 $\mu\text{g/mL}$;
- Larutan Difenilkarbasida 0,5%
Larutkan 250 mg 1,5-difenilkarbasida dalam 50 mL aseton dan simpan dalam botol coklat.

5.2.3 Peralatan

- Seperangkat alat Spektrofotometri UV-VIS;
- Labu Erlenmeyer 50 mL, alumunium foil;
- Gelas piala;
- Pipet volum 1mL, 10 mL;
- Labu tentukur 100 mL;
- Buret 10 mL dengan resolusi 0,02 mL;
- Kertas saring.

5.2.4 Prosedur

5.2.4.1 Pembuatan larutan baku kerja

Masukkan larutan baku antara ke dalam buret 10 mL dan buat seri larutan baku kerja dengan kadar sebagai berikut:

Tabel 1 – Larutan baku kerja migrasi spesifik logam berat Cr (VI)

Baku	Kadar Cr (VI) $\mu\text{g/mL}$	Volum Cr (VI) dari baku antara mL
Baku 1	0,0	0
Baku 2	0,1	1
Baku 3	0,2	2
Baku 4	0,4	4
Baku 5	0,6	6
Baku 6	0,8	8
Baku 7	1,0	10

Seri larutan baku kerja dibuat dalam labu tentukur 100 mL dan dibuat tepat sampai dengan tanda batas dengan menggunakan larutan H_2SO_4 hingga $\text{pH } 2 \pm 0,5$. Baku 1 digunakan sebagai blanko (A).

5.2.4.2 Pembuatan larutan uji

- Untuk kemasan bukan bersifat wadah (lembaran, dan bentuk tidak beraturan)
 - Untuk plastik lapis tunggal, rendam sampel dengan asam asetat 4% sebanyak volume tertentu (kalikan luas permukaan dengan angka konversi $1,56 \text{ mL/cm}^2$).
 - Untuk plastik laminasi, hanya digunakan untuk perendaman satu sisi dengan bagian kontak dengan simulan adalah bagian yang kontak dengan pangan.
 - Diamkan selama 24 jam pada suhu $24^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ di ruang gelap atau ditutup alumunium foil.
 - Pipet sejumlah 5,0 mL larutan, masukkan ke dalam labu tentukur 100 mL.
 - Tambahkan 2 mL larutan 1,5-difenilkarbasida 0,5%.
 - Buat tepat sampai dengan tanda batas dengan larutan H_2SO_4 hingga $\text{pH } 2 \pm 0,5$, dikocok sampai homogen.
 - Diamkan ± 10 menit (sampai terbentuk warna ungu).
- Untuk kemasan bersifat wadah
 - Untuk sampel yang memiliki volume kecil ($\leq 1\text{L}$), masukkan asam asetat 4% sampai 0,6 cm dari permukaan atas. Tutup dan lindungi dari cahaya, simpan pada suhu ruang $24^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ selama 24 jam.
 - Untuk sampel yang memiliki volume besar ($> 1\text{L}$), volume pengujian adalah 20% dari volume totalnya atau disesuaikan dengan kondisi sampel, diisi asam asetat 4% dengan ketinggian 1,56 cm dari dasar.
 - Diamkan selama 24 jam pada suhu $24^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ di ruang gelap atau ditutup alumunium foil.
 - Pipet sejumlah 5,0 mL larutan, masukkan ke dalam labu tentukur 100 mL.
 - Tambahkan 2 mL larutan 1,5-difenilkarbasida 0,5%.
 - Buat tepat sampai dengan tanda batas dengan larutan H_2SO_4 hingga $\text{pH } 2 \pm 0,5$, dikocok sampai homogen.
 - Diamkan ± 10 menit (sampai terbentuk warna ungu) (B)

5.2.4.3 Larutan blanko sampel

Larutan blanko diperoleh dengan menyertakan Erlenmeyer kosong tanpa sampel yang diperlakukan sama seperti perlakuan sampel (**C**).

5.2.4.4 Penetapan contoh uji

Ukur serapan masing-masing larutan **A**, **B**, dan **C**, menggunakan spektrofotometer cahaya tampak (*visible*) pada panjang gelombang 540 nm.

5.2.5 Perhitungan

Kadar migran Cr (VI) dalam larutan simulan dihitung menggunakan kurva kalibrasi dengan persamaan garis lurus $y = bx + a$.

dengan:

y adalah absorbansi;

x adalah kadar, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter ($\mu\text{g/mL}$).

Setiap pengujian agar disertakan nilai Limit of Detection (LOD)



Bibliografi

Application Bulletin, Metrohm, No. 231/1 e, *Determination of Zinc, Cadmium, Lead, Copper, Thallium, Nickel and Cobalt in water samples after DIN 38406 E16*.

Christine,M., Fournier,S., dan Philipe,S., 2007, *Quantitative Determination of Hexavalent Chromium in Aqueous Solution by UV-VIS Spectrophotometer*, Central European Journal of Chemistry, 5(4): 1084-1093.

Direktorat Pengawasan Produk dan Bahan Berbahaya Deputi Bidang Pengawasan Keamanan Pangan dan Bahan Berbahaya Badan Pengawas Obat dan Makanan, 2007, Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan RI Nomor HK 00.05.55.6497 tentang Bahan Kemasan Pangan.

Greenberg, A.E., Lenore S.C., Andrew.D.E., 1992, *Metals By Flame Atomic Absorption Spectrometry, Standard Methods for the Examination of Water and Waste water*, American Public Health Association, Part 3111: p 3-15.

Japan External Trade Organization (JETRO), 2009, *Specifications and Standards for Foods, Food Additives, etc. Under the Food Sanitation Act (Abstracts) 2008*, p. 128.

Pisal, Aniruddha, 2009, *Determination of Hexavalent Chromium in Toys by Using UV/VIS Spectrometry*, Application Note, Perkin Elmer, Inc. Shelton, CT.

